

## ⑯ 公開特許公報 (A) 昭63-205113

⑯ Int.Cl.

B 01 D 37/02  
39/06  
39/20  
C 02 F 1/28

識別記号

厅内整理番号

⑯ 公開 昭和63年(1988)8月24日

B-6556-4D  
6703-4D  
D-6703-4D  
A-8616-4D

審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑯ 発明の名称 濾過方法

⑯ 特願 昭62-35318

⑯ 出願 昭62(1987)2月18日

⑯ 発明者 石崎 功 埼玉県入間市扇町屋1-9-16

⑯ 発明者 佐藤 隆男 埼玉県入間郡毛呂山町大字岩井967の2

⑯ 発明者 内山 裕之 埼玉県入間市宮寺4102-31

⑯ 出願人 三井研削砥石株式会社 埼玉県入間市大字狭山ヶ原11番地10

⑯ 代理人 弁理士 八田 幹雄 外1名

## 明細書

## 1. 発明の名称

濾過方法

## 2. 特許請求の範囲

(1) 粒子径0.01~10 $\mu$ mの濾過対象物質を含有する清澄濾過領域の低濃度の液体を、 $\alpha$ -アルミナ、活性炭およびカーボンブラックよりなる群から選ばれた少なくとも1種の微粒子状濾過助剤とともに、微細な孔径を有するセラミックス濾過材を用いてクロスフロー方式で濾過することを特徴とするクロスフロー濾過方法。

(2) セラミックスの平均細孔径が0.03~10 $\mu$ mである特許請求の範囲第1項に記載の濾過方法。

(3) 濾過助剤の平均粒径が0.03~100 $\mu$ mである特許請求の範囲第1項または第2項に記載の濾過方法。

(4) 濾過対象物質の濃度が0.0001~50重量%である特許請求の範囲第1項ないし第3項のいずれか一つに記載の濾過方法。

(5) 濾過助剤の添加量は被処理液体に対して0.01~10重量%である特許請求の範囲第1項ないし第4項のいずれか一つに記載の濾過方法。

## 3. 発明の詳細な説明

## (産業上の利用分野)

本発明は、濾過方法に関するものである。詳しく述べると、濾過助材を用いて微細な細孔径を有するセラミックス濾過材によるクロスフロー濾過方法に関するものである。

## (従来の技術)

現在の濾過方法は、濾過材に対して垂直方向に液体を流通させるスルーフロー方式が主流である。この濾過方法は、精密濾過領域では、セライト(硅藻土)、バーライト等は高い空隙率を維持できるので、主にプレコート法ないしボディーフィード法に濾過助剤として用いられてきた。しかしながら、このスルーフロー方式による濾過方式は、完成期に達したといわれるものの、次のような問題点があった。

(1) 助剤が高価であり、経済性に問題があるこ

と。

(2) 操作上、乱流等のように流れが変っているところで助剤の剥離による滤過液への混入による滤過精度の信頼性の低下。

(3) プレコート操作、逆洗、滤過助剤洗浄等の複雑なプロセスを組込まねばならないこと。

これらのスルーフロー方式の問題点を解決すべく、クロスフロー方式が精密滤過分野において注目されるようになった。そのため、近年微細な孔径を持つセラミックスフィルターを使って、0.04~数μmの微細な粒子領域を有する液体のクロスフロー方式による滤過方法が提案されている。しかしながら、このようなクロスフローでは、微細粒子による滤材表面層の汚れ、目詰り等が滤過作用の阻げになり、特に微生物等の粘着特性の強い粒子のときの滤過速度が遅いため、寿命、滤過効率の面で実用化への可能性(寿命と滤過効率)を多分に阻げている。

このような問題の解決方法として、目詰り、汚れ等をなんらかの方法で制御して滤層を飛躍的に

促進向上させることが重要課題である。

#### (発明解決しようとする問題点)

しかしながら、従来使用されていた珪藻土、バルブ等の滤過助材では、ほとんどその効果が期待できなかった。主に1μm以下の微粒子を捕捉することを目的としたクロスフロー方式による限外滤過、精密滤過法においては、従来の滤過助材とは原理が異なるという観点から添加物を見出すことができるかが一つの着眼点である。

クロスフロー方式としては、各種の形式が提案されているが、クロスフロー方式の最大の利点は、滤過面の洗浄特性にあり、クロスフロー流速に応じたケークの洗浄力を有するものである。

一般的にクロスフロー方式による滤過現象は、第5図に示される。同図から明らかなように、滤過開始直後は滤過速度が大きく順次低下していくA領域と、その後に現われる時間経過とは無関係に一定の滤過速度が得られるB領域のパターンで示される。この経過時間(t)と単位時間当たりの滤過量(J)との関係は、液体の種類、設定圧力、

クロスフロー速度、温度、濃度などによって影響を受ける。すなわち、A領域ではスルーフローによるケーク滤過による横層現象と同じ様相を示し、ケーク膜形成による滤過量の減少をたどる。然かして、時間の経過とともにケークはクロスフロー流によって流され、流動するケーク層を発生し、このためケーク抵抗は一定値で落ちつくものと考えられる。

クロスフロー方式による滤過では、このケーク層は厳密には固着層と流動するケーク層との2種の層を持ち、両者にはケーク深さ方向に速度勾配が存在していると考えられ、理想的には全てのケークが流動層になることによりA領域とB領域の差が少なくなるものと推定される。

本発明者らは、このような問題の解決方法として種々検討した結果、つぎのごとき問題点があることがわかった。

(1) 従来から用いられている方法は、逆洗等の再生処理によるケーク層の剥離洗浄であり、第6図に示すように一定の効果があり、全体として滤

過量は増大するが、B領域に至る滤過速度をなんら解決するためのものではない。すなわち、少しも減少勾配を改善していないし、高い一定滤過速度も示していないのである。

(2) スルーフローによる滤過方式、フィルタープレス、ベルトプレス等で用いられる浮遊粒子の凝集作用も有効な手段であり、A領域からB領域への減少勾配を改善する手段として有効であるが、薬品投入による原液への影響およびフロック形成のための付帯設備を必要とする。

したがって、本発明の目的は、新規な滤過方法を提供することにある。本発明の他の目的は、滤過助材を用いて微細な孔径を有するセラミックス滤過材によるクロスフロー滤過方法を提供することにある。

#### (問題点を解決するための手段)

上記諸目的は、粒子径0.01~10μmの滤過対象物質を含有する清澄滤過領域の液体を、α-アルミナ、活性炭およびカーボンブラックよりなる群から選ばれた少なくとも1種の微粒子状滤

過助材とともに、微細な細孔径を有するセラミックス濾過材を用いてクロスフロー方式で濾過することを特徴とするクロスフロー濾過方法により達成される。

(作用)

本発明により濾過される液体は、粒子系が0.01~10μm、好ましくは0.04~3μmである濾過対象物質を含有する清澄濾過領域(例えは10<sup>-4</sup>~50重量%、好ましくは10<sup>-2</sup>~10重量%の濃度)を有する液体である。一例を挙げると、例えばビール、日本酒、ウィスキーの原液等のごとき酵母を含有するアルコール水溶液、水道水、食品製造廃水、工業廃水、生活廃水、工業用水、逆浸透膜の前処理等がある。

セラミックス濾過材としては、微細な孔径を有するセラミックス製の管状物、板状物等があり、その平均細孔径は、0.03~10μm、好ましくは0.2~6μmである。その壁厚は特に限定されるものではないが、通常支持骨格も含み0.4~3mm、好ましくは0.7~1mmである。

くは20,000~40,000、圧力は20~500kPa、好ましくは40~100kPaである。

本発明において、前記のごとき特定の濾過助剤を使用する理由は、つぎのとおりである。すなわち、クロスフロー方式においては、その濾過面に形成される特有のケーク層をいかに自在にコントロールするか、このことに注目して検討を行なったところ、固着層および流動層で形成するケーク膜は、(a)濾過面への固着防止および(b)形成されたケークの剥離崩壊促進を達成することによりケーク抵抗の減少が実現できることを見出した。すなわち、前記α-アルミナ、活性炭およびカーボンブラックにその顕著な特徴がみられ、飛躍的なB領域の濾過速度の向上が観察された。これは恐らく、前記(a)および(b)の目的に合致して滑り特性が大であり、かつ濾過面に固着することなくケーク層の崩壊が容易に促進されるものと思われる。

また、液中の活性炭の助剤の吸着能力は、対象

濾過助剤としては、α-アルミナ、活性炭およびカーボンブラックよりなる群から選ばれた少なくとも1種の微粉末状物があり、その平均粒径は、たとえば0.03~100μm、好ましくは0.1~60μmである。この濾過助剤の使用量は、被処理水に対して0.01~10重量%、好ましくは0.1~1重量%である。

本発明方法を行なうには、例えは第1図に示すように、ライン1より供給される被処理液体を、必要により貯蔵槽に溜め、ついでライン3を経てスラリー槽4に供給する。このスラリータンクにはライン5より濾過助剤が供給されてスラリーが形成される。このスラリーはライン6を経てポンプ7により所定の圧力に調整されたのち、セラミックス濾過材を充填した濾過器9にクロスフロー(十字流)で通過させることにより濾液はライン11より排出される一方、濾過助剤を含む濾厚液はライン10より排出されてスラリー槽4へ循環される。このとき例えは水道水の場合だと流通液体はレイノルズ数300~60,000、好まし

粒子との造粒現象が起るなどの粒子成長による粒子径増大を生じさせると同時に、その粒子による粒子間引力の低下を招き、流速をもつ粒子との衝突によりケーク層の破壊を促進させる。一方、ケーク層中の助剤同士は粒子間の力、例えは化学接着力、フィンデルワールス力、凝集力、粒子間引力等の他、物理的アンカー理論等に基づく作用が小さいため、従来の单一物質のケークに比べ異物が混入したマトリックス状へのせん断力に対し、抵抗力が小さいので、粒子および流れる媒体のクロスフローの流れより生じる衝突の力作用により、容易に破壊を起すためである。したがって、ケーク層を適度に薄くすることも考えられる。

本発明は、いかにして流動ケーク層を形成されるかに注目して実現したものであり、いわゆる現在スルーフロー法に用いられているプレコート法、ボディフィード法等に用いる濾過助剤とは、その目的とする濾過効率の向上が同じでも、連続操作の用い方、クロスフローシステムによる原理、濾過助剤の作用とも、本発明の濾過助剤は、全く異

なるものである。また、従来の濾過助剤は、濾過圧力が高くなると廃棄されるが、本発明によるクロスフロー方式に用いられる濾過助剤は、濾過時間に無関係に作用するために適切な作用条件下で用いることにより長期間の使用にも変化をきたすことはなく、廃棄する必要がない。また、本発明は、必ずしも再生処理と併用することを全く否定するものではない。併用することにより、目詰りの進行等をやわらげ、再生回数が著しく減少する等の良いことも十分に期待できる濾過方法もある。再生処理の例としては、逆洗、超音波振動、薬液洗浄、加熱(燃焼)、空気を導びいて放氣する、ブラシをかける等の一般的な方法を含む。

## (実施例)

つぎに、実施例を挙げて本発明方法をさらに詳細に説明する。

## 実施例1～3および比較例1～7

第1図に示す装置において、平均細孔径1.6  $\mu\text{m}$ を有する多孔性セラミックスパイプ(内径8  $\text{mm}$ 、肉厚1  $\text{mm}$ )1本の20本を並列に配置した

濾過器9に、 $4.5 \times 10^{-2}$ 重量%の酵母を含有する水に第1表に示す濾過助剤をスラリー槽4において投入して得られたスラリーを圧力100KPa、レイノルズ数14,000でクロスフロー方式で通過させ、ライン11より濾水を取り出し、一方、スラリーはライン10よりスラリー槽4に循環させながら連続濾過を行なった。濾過効果の判定法としては、第2図に示すように、クロスフロー濾過の一定時間後(約24時間)の一定流速J11を示す。その結果を第1表に示す。また、実施例2、比較例4および比較例7の結果をプロットすると第3図のとおりである。

(以下余白)

第1表(4.5×10<sup>-2</sup>重量%の酵母)

実施例 比較例	種類	濾過助剤 平均粒径(μm)	濾過助剤濃度 (重量%)	濾過流速(J11) (g/m <sup>2</sup> ·hr)
実施例 1	珪藻土	6.2	$9 \times 10^{-2}$	21.6
		6.2	$2.3 \times 10^{-1}$	26.8
比較例 2	珪藻土	6.2	$4.5 \times 10^{-1}$	15.8
		5.1	$4.5 \times 10^{-2}$	18.4
比較例 3	珪藻土	5.1	$4.5 \times 10^{-1}$	26.8
		3.6	$9 \times 10^{-2}$	25.5
比較例 4	タルク	3.6	$2.3 \times 10^{-1}$	14.0
		3.6	$4.5 \times 10^{-1}$	9.9
比較例 5	パルプ (繊維状)	4.2	$4.5 \times 10^{-2}$	23.0
		4.2	$9 \times 10^{-2}$	19.3
比較例 6	関東 ローム	4.2	$2.3 \times 10^{-1}$	15.2
		4.2	$4.5 \times 10^{-1}$	22.8
比較例 7	アクリル 超微粒体	30×60	$4.5 \times 10^{-2}$	9.1
		30×60	$9 \times 10^{-2}$	13.6
実施例 1	活性炭	30×60	$2.3 \times 10^{-1}$	11.6
		2	$4.5 \times 10^{-2}$	18.5
実施例 2	カーボン ブラック	2	$9 \times 10^{-2}$	19.5
		2	$2.3 \times 10^{-1}$	18.1
実施例 3	$\alpha$ -アル ミナ	2	$4.5 \times 10^{-1}$	23.9
		0.4	$4.5 \times 10^{-2}$	18.1
実施例 4	アクリル 超微粒体	0.4	$1.35 \times 10^{-1}$	15.9
		60	$4.5 \times 10^{-2}$	29.9
実施例 5	活性炭	60	$2.3 \times 10^{-1}$	31.4
		60	$4.5 \times 10^{-1}$	66.4
実施例 6	カーボン ブラック	0.1	$4.5 \times 10^{-2}$	25.1
		0.1	$9 \times 10^{-2}$	60.8
実施例 7	$\alpha$ -アル ミナ	0.1	$2.3 \times 10^{-1}$	124
		0.1	$4.5 \times 10^{-1}$	160
実施例 8	$\alpha$ -アル ミナ	0.8	$1.13 \times 10^{-2}$	46
		0.8	$2.25 \times 10^{-2}$	50.9
実施例 9	$\alpha$ -アル ミナ	0.8	$3.38 \times 10^{-2}$	19.3

## 実施例4～6および比較例8～12

実施例1～3と同様の方法により水道水(固形分0.01重量%)について濾過を行なったところ、第2表の結果が得られた。

(以下余白)

第2表 (水過水)

実施例	種類	平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	滌過助剤		滌過助剤濃度 (Jlim) (Jlim)	滌過流量 (Jlim) (l/m <sup>2</sup> ·hr)	
			濃度	(重量%)			
比較例 8	セラミック	3.6	1.49 $\times 10^{-1}$	18.9			
		3.6	2.97 $\times 10^{-1}$	20.7			
		3.6	7.43 $\times 10^{-1}$	18.5			
		3.6	1.49 $\times 10^{-2}$	22.2			
比較例 9	タルク	4.2	4.5 $\times 10^{-2}$	18.2			
		4.2	9 $\times 10^{-2}$	14.1			
		4.2	2.3 $\times 10^{-1}$	20.5			
		4.2	4.5 $\times 10^{-1}$	15.8			
比較例 10	関東 ローム	2	4.5 $\times 10^{-1}$	11.9			
		2	9 $\times 10^{-2}$	43.7			
比較例 11	B-Sic	2	2.3 $\times 10^{-1}$	54.3			
		0.4	4.5 $\times 10^{-2}$	27.5			
		0.4	9 $\times 10^{-2}$	37.8			
		0.4	2.25 $\times 10^{-1}$	44.0			
比較例 12	なし	0.4	4.5 $\times 10^{-1}$	55.5			
		—	—	9.09			
実施例 4	活性炭	—	—	11.4			
		60	4.5 $\times 10^{-2}$	72.3			
		60	2.3 $\times 10^{-1}$	139			
実施例 5	カーボン ブラック	60	4.5 $\times 10^{-1}$	138			
		0.1	4.5 $\times 10^{-2}$	88.9			
		0.1	9 $\times 10^{-2}$	119			
実施例 6	$\alpha$ -アル ミニナ	0.1	2.3 $\times 10^{-1}$	183			
		0.1	4.5 $\times 10^{-1}$	188			
		0.8	1.13 $\times 10^{-3}$	16.9			
		0.8	5.63 $\times 10^{-3}$	68.4			
		0.8	5.63 $\times 10^{-2}$	73.0			

実施例	助剤	平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	滌過助剤濃度 (Jlim) (Jlim)		滌過流量 (Jlim) (l/m <sup>2</sup> ·hr)
			濃度	(重量%)	
実施例 8	$\alpha$ -アルミニナ	0.8	0.1	11.7	12.4
実施例 8	カーボン ブラック	0.8	10 <sup>-2</sup>	22.8	20.4
実施例 8	カーボン ブラック	0.8	10 <sup>-1</sup>	35.5	14.6
実施例 8	カーボン ブラック	0.8	10 <sup>-2</sup>	18.7	2.3
実施例 8	カーボン ブラック	0.8	10 <sup>-1</sup>	72.1	2.3
実施例 8	カーボン ブラック	0.8	10 <sup>-1</sup>	83.1	2.3
実施例 8	カーボン ブラック	0.8	10 <sup>-2</sup>	11.7	26.8
実施例 8	カーボン ブラック	0.8	10 <sup>-1</sup>	45.0	40.9
実施例 8	カーボン ブラック	0.8	10 <sup>-2</sup>	46.3	46.3
実施例 8	カーボン ブラック	0.8	10 <sup>-1</sup>	13.6	26.3
実施例 8	カーボン ブラック	0.8	10 <sup>-2</sup>	46.3	45.2
実施例 8	カーボン ブラック	0.8	10 <sup>-1</sup>	6.75	3.38
実施例 8	カーボン ブラック	0.8	10 <sup>-2</sup>	3.38	1.01
実施例 8	カーボン ブラック	0.8	10 <sup>-1</sup>	3.38	2.25
実施例 8	カーボン ブラック	0.8	10 <sup>-2</sup>	1.13	1.13

## 実施例 7～8

実施例 1～3 と同様の方法により各種酵母含有水における各濃度のカーボンブラックおよび $\alpha$ -アルミナのクロスフロー方式による滌過の影響について調べたところ、第3表の結果が得られた。また実施例 7、酵母 0.045 重量% (第1表) および酵母 0 重量% (第2表) の場合の結果をプロットすると第4図のとおりである。

(以下余白)

## (発明の効果)

以上述べたように、本発明によるクロスフロー滌過方法は、粒子径 0.01～10  $\mu\text{m}$  の滌過対象物質を含有する清澄滌過領域の低濃度の液体を、 $\alpha$ -アルミナ、活性炭およびカーボンブラックよりなる群から選ばれた少なくとも 1 種の微粒子状滌過助剤とともに、微細な孔径を有するセラミック滌過材を用いてクロスフロー方式で滌過することにより行なわれるものであるから、一般的には洗浄しながらの滌過であり、目詰りを防止して、Jlim で示されるように長期間運転を可能とする効果を生み出すとともに、さらに本発明方法を応用展開することにより Jlim の値を改良することになり、コンパクトな装置としての経済面での用途領域をさらに拡げることが可能となる。

## 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明方法を行うための一実施例を示すフローシート、第2図は Jlim の定義を示すグラフ、第3～4図は滌過助剤濃度と Jlim との関係を示すグラフであり、また第5～6図は従来の

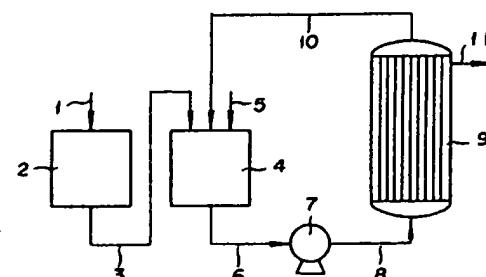
クロスフロー濾過における時間と濾過量の関係を示すグラフである。

特許出願人

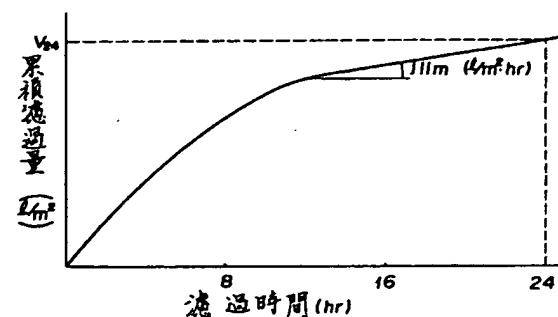
三井研削砥石株式会社

代理人弁理士 八田 幹雄  
(ほか1名)

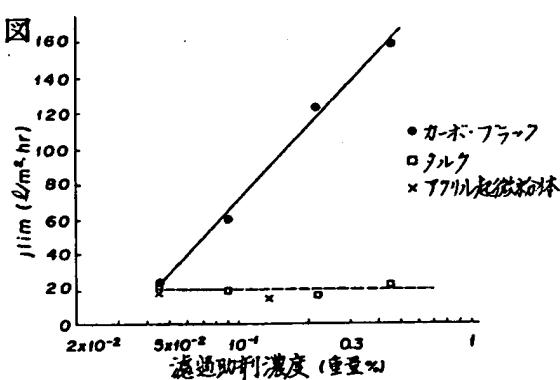
第1図



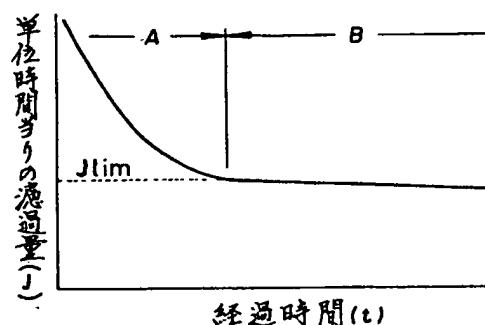
第2図



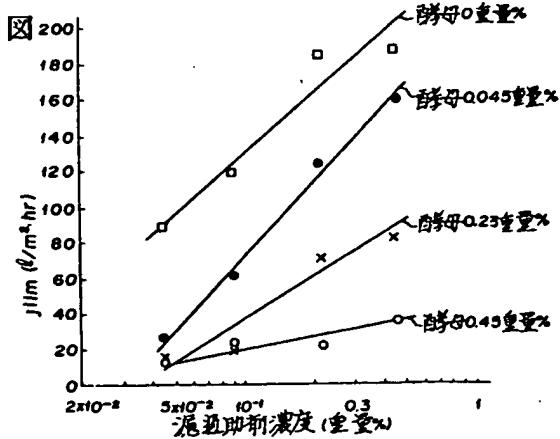
第3図



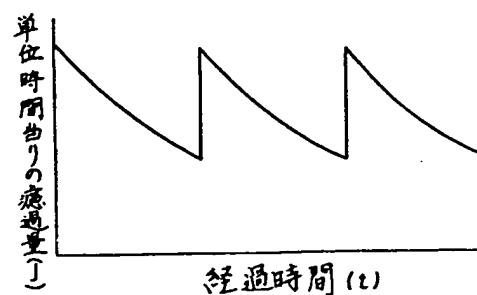
第5図



第4図



第6図



**WEST****End of Result Set**  

L12: Entry 1 of 1

File: DWPI

Aug 24, 1988

DERWENT-ACC-NO: 1988-281359

DERWENT-WEEK: 198840

COPYRIGHT 2003 DERWENT INFORMATION LTD

**TITLE:** Filtering liq. contg. fine particles, e.g. beer, waste water - by cross-flow method using microporous ceramics contg. alpha-alumina, active carbon and/or carbon black

**PRIORITY-DATA:** 1987JP-0035318 (February 18, 1987)

**PATENT-FAMILY:**

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 63205113 A	August 24, 1988		006	
JP 95102290 B2	November 8, 1995		007	B01D037/02

**INT-CL (IPC):** B01D 37/02; B01D 39/06; B01D 39/20; C02F 1/28

**ABSTRACTED-PUB-NO:** JP 63205113A

**BASIC-ABSTRACT:**

Filtration is carried out by a cross-flow method using micro porous ceramics filter, having micro particles of filtration assistant comprising alpha-alumina, active carbon and/or carbon black, to filter low concn. liq. contg. 0.01-10 microns particles.

Pref. average pore size of the ceramics is 0.03-10 microns. Pref. average particle size of the filtration assistant is 0.03-100 microns. Pref. concn. of liq. to be filtered, is 0.0001-50 wt.%. Pref. filtration assistant is added 0.01-10 wt.% to a raw liq.

**USE/ADVANTAGE** - The method is used for filtration of liq. contg. particles of 0.01-10 microns, pref. 0.04-3 microns, e.g. beer, sake, whisky, water, waste water from food industry, industrial water, domestic waste water, etc.

**ABSTRACTED-PUB-NO:** JP 63205113A

**EQUIVALENT-ABSTRACTS:**

**CHOSEN-DRAWING:** Dwg. 0/6

WEST

**End of Result Set**

Generate Collection  Print

L12: Entry 1 of 1

File: DWPI

Aug 24, 1988

DERWENT-ACC-NO: 1988-281359

DERWENT-WEEK: 198840

COPYRIGHT 2003 DERWENT INFORMATION LTD

**TITLE:** Filtering liq. contg. fine particles, e.g. beer, waste water - by cross-flow method using microporous ceramics contg. alpha-alumina, active carbon and/or carbon black

PATENT-ASSIGNEE: MITSUI KENSAKU TOISHI KK (MITSN)

PRIORITY-DATA: 1987JP-0035318 (February 18, 1987)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 63205113 A	August 24, 1988		006	
JP 95102290 B2	November 8, 1995		007	B01D037/02

**APPLICATION-DATA:**

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
JP 63205113A	February 18, 1987	1987JP-0035318	
JP 95102290B2	February 18, 1987	1987JP-0035318	
JP 95102290B2		JP 63205113	Based on

INT-CL (IPC): B01D 37/02; B01D 39/06; B01D 39/20; C02F 1/28

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 63205113A

#### **BASIC-ABSTRACT:**

Filtration is carried out by a cross-flow method using micro porous ceramics filter, having micro particles of filtration assistant comprising alpha-alumina, active carbon and/or carbon black, to filter low concn. liq. contg. 0.01-10 microns particles.

Pref. average pore size of the ceramics is 0.03-10 microns. Pref. average particle size of the filtration assistant is 0.03-100 microns. Pref. concn. of liq. to be filtered, is 0.0001-50 wt.%. Pref. filtration assistant is added 0.01-10 wt.% to a raw liq.

USE/ADVANTAGE - The method is used for filtration of liq. contg. particles of 0.01-10 microns, pref. 0.04-3 microns, e.g. beer, sake, whisky, water, waste water from food industry, industrial water, domestic waste water, etc.

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 63205113A

#### **EQUIVALENT-ABSTRACTS:**

CHOSEN-DRAWING: Dwg. 0/6

DERWENT-CLASS: D15 D16 J01

CPI-CODES: D04-A01F; D05-H13; J01-H;